

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 03-068410

(43)Date of publication of application : 25.03.1991

(51)Int.Cl.

B01D 39/20  
C04B 35/10

(21)Application number : 01-202608

(71)Applicant : TOTO LTD

(22)Date of filing : 04.08.1989

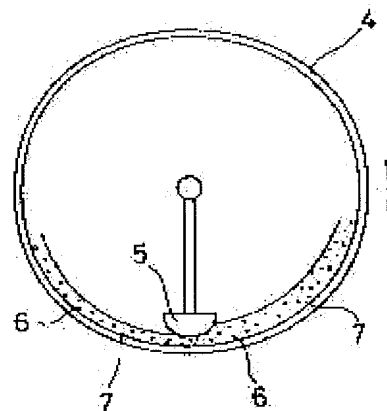
(72)Inventor : YASUDA MOTOI

## (54) PRODUCTION OF CERAMIC FILTER

(57)Abstract:

**PURPOSE:** To obtain the ceramic filter capable of being sintered at  $\leq$  about  $1800^{\circ}$  C and resistant to alkali by using the alumina coarse grains with the surface uniformly coated with zirconia fine grains as a sintering assistant.

**CONSTITUTION:** The alumina coarse grains 6 as an aggregate and the zirconia fine grains 7 (6-16wt.%) as a sintering assistant are prepared as the raw material. Both grains 6 and 7 are charged into a surface fusing device and treated. Namely, an inner piece 5 is arranged in a drum-shaped casing 4 to form the device, the casing 4 is rotated or the turning rates of the casing 4 and inner piece 5 are allowed to different from each other to compress the grains 6 and 7 and to cause local friction, hence the surfaces of the grains are activated, and the grains 7 are uniformly fused to the surfaces of the grains 6. A forming assistant and water are then added, kneading is applied to obtain a formed product, and the product is dried and then sintered.



⑨ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A) 平3-68410

⑤ Int. Cl.<sup>5</sup>

B 01 D 39/20  
C 04 B 35/10

識別記号

D  
Z

庁内整理番号

6703-4D  
8924-4G

④ 公開 平成3年(1991)3月25日

審査請求 未請求 請求項の数 2 (全4頁)

④ 発明の名称 セラミックフィルターの製造方法

② 特 願 平1-202608

② 出 願 平1(1989)8月4日

② 発 明 者 安 田 基 神奈川県茅ヶ崎市本村2丁目8番1号 東陶機器株式会社  
茅ヶ崎工場内

① 出 願 人 東陶機器株式会社 福岡県北九州市小倉北区中島2丁目1番1号

④ 代 理 人 弁理士 下田 容一郎 外2名

明 細 書

1. 発明の名称

セラミックフィルターの製造方法

2. 特許請求の範囲

(1) 骨材となるアルミナ粗粒子に対し焼結助剤としてのジルコニア微粒子を6~16 wt% 添加し、アルミナ粗粒子を圧縮・摩擦することでアルミナ粗粒子表面を活性化してジルコニア微粒子をアルミナ粗粒子表面に均一に融合せしめ、次いでこのアルミナ粗粒子からなる粉体に成形助剤及び水を加えて混練して成形体とし、この成形体を乾燥せしめた後焼結するようにしたことを特徴とするセラミックフィルターの製造方法。

(2) 前記アルミナ粗粒子の平均粒径は20~30 μm であることを特徴とする請求項(1)に記載のセラミックフィルターの製造方法。

3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明は食品、飲料及び医薬品等の生産工程において用いるセラミックフィルターの製造方法に

関する。

(従来の技術)

食品工業や医薬品工業にあっては従来からセラミックフィルターを用いて限外濾過等を行い、原液中の不要物質の除去や、原液中の所定物質の濃度を高めるようにしている。

斯かるセラミックフィルターはその使用に伴って種々の有機物により漸次目詰まりし濾過性能が低下する。そこで逆洗浄等によって目詰まりを防止しているが、スチームによってフィルターの殺菌を行うと有機物(タンパク質)が熱によってゲル化して固着するため十分に洗浄できず、このためNaOHによるアルカリ洗浄を行っている。しかしながらアルカリ洗浄を行うとセラミックフィルターは主成分としての $Al_2O_3$ の他に $SiO_2$ 、 $KNaO$ 等のガラス成分を含んでいるので、これらのガラス成分が溶出し、フィルターの強度を低下せしめる。

そこで特開昭63-197510号にあっては、 $Al_2O_3$ に対し、所定の割合で $MgO$ 及び $ZrO_2$ を含有せしめることで耐アルカリ性を高めること

を提案している。

一方、セラミックフィルターに要求される特性としては、透過流束及び濾過性能が大でしかも機械的な強度にも優れることである。このため特開昭63-242340号にも開示されるような非対称膜、即ち比較的組織の粗い支持体層の一面に薄い緻密層を形成したフィルターが知られている。

(発明が解決しようとする課題)

特開昭63-197510号に開示される技術で、気孔の平均径が $10\mu\text{m}$ 程度の支持体を製造する場合、以下の如き問題がある。

気孔径を $10\mu\text{m}$ 程度とするには支持体を構成するアルミナ粒子の径を $20\sim 30\mu\text{m}$ としなければならず、このような粗大なアルミナ粒子を焼結させるには高温( $1800^\circ\text{C}$ 以上)で焼結させなければならず、特殊な炉を必要としコスト的に不利がある。尚、この点に関し特開昭63-197510号の開示内容では気孔径が $15\mu\text{m}$ のフィルターを $1500^\circ\text{C}$ で焼結した例を挙げているが、この

(実施例)

以下に本発明の実施例を添付図面に基づいて説明する。

第1図は本発明方法によって製造したセラミックフィルターの一例を示す斜視図であり、セラミックフィルター1は厚さ約 $1\text{mm}$ で長さ約 $200\text{mm}$ の円筒状をなし、外側を平均気孔径が約 $10\mu\text{m}$ の支持体2とし、この支持体2の内側を平均気孔径が小さな薄い緻密層3としている。そして実施例としては前記支持体2の製造について以下に述べる。

先ず原料としては骨材としてのアルミナ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ )粗粒子と焼結助剤としてのジルコニア( $\text{ZrO}_2$ )微粒子を用意する。ここでアルミナ粗粒子の粒径は目的とするセラミックフィルター(支持体)の平均気孔径に応じ選定し、平均気孔径を $10\mu\text{m}$ 程度とする場合には、アルミナ粗粒子は $20\sim 30\mu\text{m}$ の平均粒径をもつものとする。

そして以上のアルミナ粗粒子とジルコニア微粒子とを第2図に示す如き表面融合装置内に入れて

ような低い温度で焼成した場合には使用に耐え得る機械的強度が得られない。そこで焼結助剤を用いて焼成温度を低くすることが考えられるが、単に骨材としてのアルミナ粒子にジルコニア等の焼結助剤を混合しただけでは均一性に欠け、十分な効果が得られない。

(課題を解決するための手段)

上記課題を解決すべく本発明は、特開昭63-42728号等に関示される表面融合技術を利用してアルミナ粗粒子とジルコニア微粒子を混合せしめることで、アルミナ粗粒子の表面にジルコニア微粒子を均一に融合付着せしめ、この粉体を用いてセラミックフィルターを製造するようにした。

(作用)

焼結助剤としてのジルコニア微粒子が表面に均一に付着したアルミナ粒子を用いることで、 $1800^\circ\text{C}$ でより低い温度で焼結せしめることができ、しかも耐アルカリ性に優れたセラミックフィルターとすることができる。

処理する。

即ち、表面融合装置はドラム状ケーシング4内にインナーピース5を配置し、ケーシング4を回転せしめるか、ケーシング4とインナーピース5との回転速度を異ならせることによりインナーピース5によりケーシング4内に入れたアルミナ粗粒子6及びジルコニア微粒子7を圧縮するとともに局部摩擦を生ぜしめ、これらの粒子表面を活性化し、メカノケミカル作用により第3図に示すようにアルミナ粗粒子6の表面にジルコニア微粒子7を均一に融合付着せしめる。

次いで上記の微粒子からなる粉体に成形助剤として例えばメチルセルロースを8wt%及び水を加して混練し、これを成形した後乾燥せしめ、乾燥した成形体を焼成することで前記支持体2を得る。尚、実施例としては非対称のセラミックフィルターを示したがこれに限らない。またフィルターの形状も円筒状に限らず、平膜、螺旋状等任意である。

次に焼結助剤( $\text{ZrO}_2$ )の割合を変えて焼成した場

[表]

| 試料No | 組 成 (wt%)                      |                  |                               |      | 焼成温度<br>(°C) | 平均気孔<br>径 (μm) | 気孔率<br>(%) | 耐アルカリ性<br>(kg/cm <sup>2</sup> ) |
|------|--------------------------------|------------------|-------------------------------|------|--------------|----------------|------------|---------------------------------|
|      | Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | ZrO <sub>2</sub> | Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | その他  |              |                |            |                                 |
| 1    | 95.5                           | 4.2              | 0.03                          | 0.27 | 1730         | 9.1            | 42.1       | 310                             |
| 2    | "                              | "                | "                             | "    | 1800         | 9.0            | 35.4       | 480                             |
| 3    | 94.7                           | 5.0              | "                             | "    | 1730         | 8.9            | 39.4       | 430                             |
| 4    | "                              | "                | "                             | "    | 1800         | 8.9            | 33.1       | 570                             |
| 5    | 93.7                           | 6.0              | "                             | "    | 1730         | 8.8            | 36.6       | 500                             |
| 6    | "                              | "                | "                             | "    | 1800         | 8.8            | 30.2       | 690                             |
| 7    | 91.6                           | 8.0              | 0.05                          | 0.35 | 1730         | 8.7            | 37.5       | 520                             |
| 8    | "                              | "                | "                             | "    | 1800         | 8.7            | 28.4       | 840                             |
| 9    | 89.6                           | 10.0             | "                             | "    | 1730         | 8.7            | 35.3       | 550                             |
| 10   | "                              | "                | "                             | "    | 1800         | 8.7            | 26.1       | 960                             |
| 11   | 87.6                           | 12.0             | "                             | "    | 1730         | 8.8            | 34.5       | 600                             |
| 12   | "                              | "                | "                             | "    | 1800         | 8.8            | 25.4       | 970                             |
| 13   | 85.6                           | 14.0             | "                             | "    | 1730         | 8.8            | 35.6       | 540                             |
| 14   | "                              | "                | "                             | "    | 1800         | 8.8            | 26.7       | 940                             |
| 15   | 83.6                           | 16.0             | "                             | "    | 1730         | 8.6            | 37.7       | 510                             |
| 16   | "                              | "                | "                             | "    | 1800         | 8.6            | 27.9       | 820                             |
| 17   | 82.6                           | 17.0             | "                             | "    | 1730         | 8.5            | 39.0       | 470                             |
| 18   | "                              | "                | "                             | "    | 1800         | 8.5            | 30.5       | 670                             |
| 19   | 81.6                           | 8.0              | 0.05                          | 0.35 | 1730         | 8.6            | 35.5       | 350                             |
| 20   | 89.6                           | 10.0             | "                             | "    | 1730         | 8.5            | 34.7       | 520                             |
| 21   | 87.6                           | 12.0             | "                             | "    | 1730         | 8.8            | 33.8       | 390                             |
| 22   | 85.6                           | 14.0             | "                             | "    | 1730         | 8.6            | 34.9       | 380                             |
| 23   | 83.6                           | 16.0             | "                             | "    | 1730         | 8.5            | 36.1       | 340                             |

合の具体的な実施例の試験結果を以下の〔表〕及び第4図に示す。

尚、試験に供した試料は外径6mm、内径4mm、長さ40mmの素材を押出し成形し、この素材を乾燥して1730℃及び1800℃で焼成した後、気孔径、気孔率及び耐アルカリ性を評価した。また耐アルカリ性の試験は約60℃に加熱した20%NaOH水溶液中に試料を20時間浸漬した後に曲げ強度を測定することによって行った。

(以下余白)

前記した〔表〕中の試料No.19～23については、アルミナ粗粒子とジルコニア微粒子を単に混合し表面融合(メカノフュージョン)を行わなかった原料を用いた例を示している。また第4図には試料No.1～19までのジルコニア微粒子の割合と耐アルカリ性の関係を示すグラフである。

これら〔表〕及び第4図からも分るように、セラミックフィルターの原料として、アルミナ粗粒子表面にジルコニア微粒子を融合付着せしめたものを用い、且つジルコニアの割合を6～16wt%以内にすることで、1730℃と従来よりかなり低い温度であり、かつ平均気孔径を大きくしても、500kg/cm<sup>2</sup>以上と十分な耐アルカリ性を発揮し得ることが分る。

(発明の効果)

以上に説明したように本発明によれば、表面融合技術を利用して骨材となるアルミナ粗粒子表面に焼結助剤となるジルコニア微粒子を均一に融合付着せしめ、これを原料としたので焼結温度をそ

れ程高くしなくとも大きな粒径のアルミナ粒子の焼結を行え、且つガラス成分の溶出も抑えることができ耐アルカリ性が大巾に向上する。

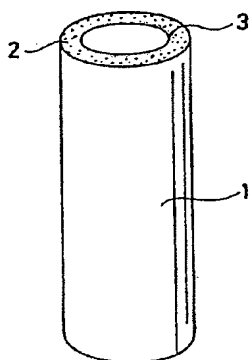
#### 4. 図面の簡単な説明

第1図は本発明方法によって製造したセラミックフィルターの全体斜視図、第2図は表面融合装置の概略図、第3図はアルミナ粗粒子の表面にジルコニア微粒子が融合付着した状態を示す図、第4図はジルコニアの割合と耐アルカリ性との関係を示すグラフである。

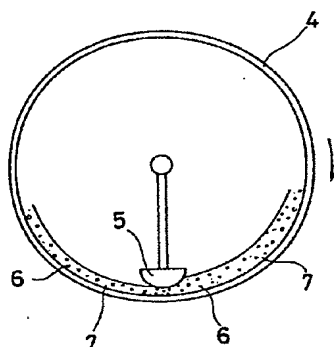
尚、図面中1はセラミックフィルター、2は支持体層、4は表面融合装置のケーシング、5はインナーピース、6はアルミナ粗粒子、7はジルコニア微粒子である。

特許出願人 東陶機器株式会社  
代理人 弁理士 下田 容一郎  
同 弁理士 大橋 邦彦  
同 弁理士 小山 有

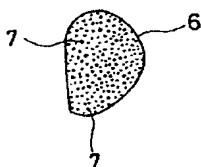
第 1 図



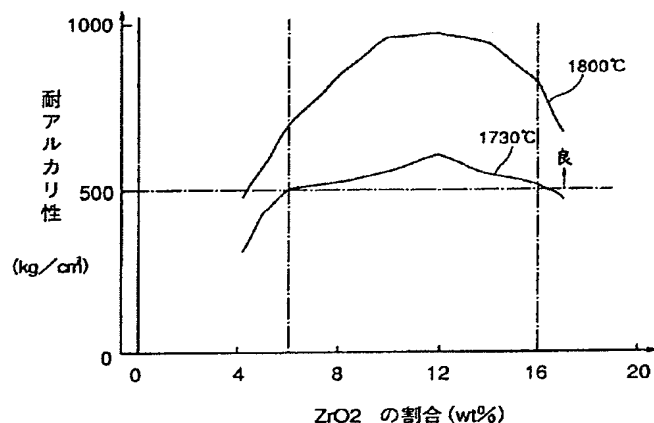
第 2 図



第 3 図



第 4 図



手続補正書 (自発)

平成 1 年 9 月 13 日



特許庁長官 吉田文毅 殿

1. 事件の表示

特願平 1-202608 号

2. 発明の名称

セラミックフィルターの製造方法

3. 補正をする者

事件との関係 特許出願人  
(A08) 東陶機器株式会社

4. 代理人

東京都港区麻布台 2 丁目 4 番 5 号  
〒106 メソニック 39 森ビル 2 階  
電話 (03) 438-9181 (代表)  
(6735) 弁理士 下田 容一郎



5. 補正命令の日付 自発

6. 補正の対象 明細書の発明の詳細な説明の欄

7. 補正の内容

明細書第 7 頁第 3 行目に「外径 6 mm」とある  
を「外径 6 mm」と訂正する。

